




## Plasma sterilisation system

**Patent number:** FR2814079  
**Publication date:** 2002-03-22  
**Inventor:** PERRUCHOT FRANCOIS; JAFFREZIC MARIE  
PIERRE; DESTREZ PHILIPPE; BOUSQUET SEVERINE  
**Applicant:** ABSYS (FR)  
**Classification:**  
- international: A61L12/02  
- european: A61L2/14; A61L2/20C; A61L2/24  
**Application number:** FR20000011829 20000915  
**Priority number(s):** FR20000011829 20000915

**Also published as:**

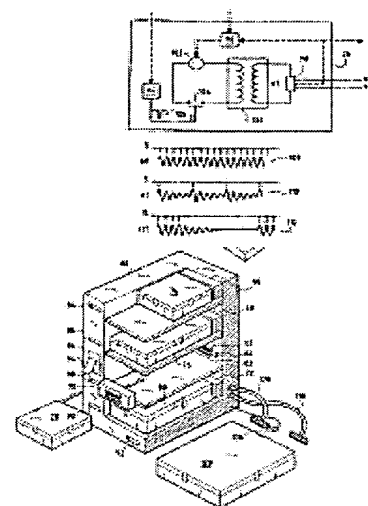
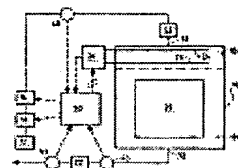
 WO0222180 (A3)  
 WO0222180 (A2)  
 US2004037736 (A1)

**Report a data error here**

Abstract not available for FR2814079

Abstract of corresponding document: **US2004037736**

A method of sterilizing at least one article by means of a plasma and in the presence of humidity using a non-biocidal gas containing oxygen and nitrogen, the article being placed outside the discharge in a sealed treatment enclosure that is subjected substantially to atmospheric pressure, the method comprising the following steps: introducing the humidified non-biocidal gas into the treatment enclosure; creating a first plasma discharge A for a determined duration enabling the effectiveness of the sterilizing species created during the following stage to be guaranteed within the entire enclosure; creating a second plasma discharge B during a determined duration enabling said article to be sterilized; and rinsing the treatment enclosure during a determined duration so as to guarantee that it contains a non-polluting atmosphere when the enclosure is subsequently opened. Preferably, discharge of the first plasma and humidity introduction take place simultaneously and the first and second plasma discharges can overlap so that creation of the second plasma begins before creation of the first plasma terminates. The present invention also provides various devices for implementing the method and serving in particular to sterilize all types of medical article.



Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 814 079

②1 N° d'enregistrement national : 00 11829

⑤1 Int Cl<sup>7</sup> : A 61 L 12/02

⑫

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 15.09.00.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 22.03.02 Bulletin 02/12.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : ABSYS Société à responsabilité limi-  
tée — FR.

⑦2 Inventeur(s) : PERRUCHOT FRANCOIS, JAFFRE-  
ZIC MARIE PIERRE, DESTREZ PHILIPPE et BOUS-  
QUET SEVERINE.

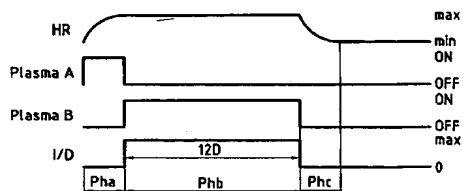
⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : CABINET BEAU DE LOMENIE.

⑤4 SYSTEME DE STERILISATION PAR PLASMA.

⑤7 Procédé de stérilisation par plasma en présence d'hu-  
midité à partir d'un gaz non biocide contenant de l'oxygène  
et de l'azote d'au moins un objet placé en dehors de la dé-  
charge dans une enceinte de traitement étanche soumise  
sensiblement à la pression atmosphérique, procédé com-  
portant les étapes suivantes: introduction du gaz non bioci-  
de humidifié dans l'enceinte de traitement; création d'une  
décharge d'un premier plasma A pendant une durée déter-  
minée permettant de garantir l'efficacité d'espèces stérili-  
santes créées lors de la phase suivante dans l'ensemble de  
l'enceinte; création d'une décharge d'un second plasma B  
pendant une durée déterminée permettant la stérilisation  
dudit objet et rinçage de l'enceinte de traitement pendant  
une durée déterminée de façon à garantir une atmosphère  
non polluante lors de l'ouverture ultérieure de l'enceinte. De  
préférence, la décharge du premier plasma et l'introduction  
de l'humidité sont simultanées.

La présente invention concerne également différents  
dispositifs pour la mise en oeuvre de ce procédé permettant  
notamment la stérilisation de tous types d'objets médicaux.



FR 2 814 079 - A1



La présente invention se rapporte au domaine général de la stérilisation d'objets et de surfaces de toute nature et de toute forme et elle concerne plus particulièrement un procédé et différents dispositifs de stérilisation par plasma fonctionnant à température ambiante et à pression atmosphérique.

5

#### Art antérieur

La stérilisation correspond à un niveau de qualité bien précis dans les milieux médicaux et agro-alimentaires. Dans le milieu médical, elle désigne une destruction de tous les micro-organismes quelle que soit leur nature. Selon la Pharmacopée Européenne, un  
10 objet peut être considéré comme stérile si la probabilité qu'un micro-organisme viable y soit présent est inférieure ou égale à  $10^{-6}$ . Le temps de stérilisation est le temps nécessaire pour stériliser un objet « normalement contaminé », c'est-à-dire contenant  $10^6$  spores bactériennes. Ainsi, la stérilisation d'un objet correspond à une réduction de la population initiale de spores bactériennes présentes sur cet objet de  $10^6$  spores à  $10^{-6}$  spores soit une  
15 réduction logarithmique de 12 décades. Le temps nécessaire à la réduction d'une décade est par définition appelé temps de réduction décimal, noté D. C'est une variable fondamentale caractérisant un procédé de stérilisation.

Actuellement, il existe de nombreux procédés permettant de rendre et de garder des objets stériles. L'article de Philip M Schneider paru dans le volume 77 du Tappi Journal de  
20 Janvier 1994 en pages 115 à 119 en donne un aperçu relativement exhaustif. Toutefois, M. Schneider termine son propos sur le constat qu'il n'existe pas aujourd'hui une méthode de stérilisation idéale à basse température (moins de  $80^{\circ}\text{C}$ ), c'est à dire qui soit d'une grande efficacité, d'une action rapide et d'une forte pénétration, qui soit en outre non toxique, compatible avec de nombreux matériaux notamment les matériaux organiques et qui puisse  
25 être mise en oeuvre simplement avec de faibles coûts.

En outre, l'état stérile d'un objet doit être maintenu par un emballage spécifique qui doit être compatible avec la méthode de stérilisation employée (perméable à l'agent stérilisant) et empêcher la pénétration de micro-organismes pendant les phases de transport et de stockage, afin de garantir la stérilité de l'instrument lors d'une prochaine utilisation.

Les procédés de stérilisation actuels sont basés essentiellement sur l'effet de la chaleur ou sur l'action de gaz biocides.

L'autoclave, qui repose sur l'action de la chaleur humide à haute température (au moins 121°C), est le procédé le plus efficace et le moins cher à mettre en œuvre, mais il ne  
5 permet pas la stérilisation de dispositifs thermosensibles de plus en plus présents, notamment dans le domaine médical.

Les procédés de stérilisation par les gaz (oxyde d'éthylène, formaldéhyde, peroxyde d'hydrogène) utilisent le caractère biocide d'un gaz placé dans une enceinte de stérilisation et permettent une stérilisation à basse température des dispositifs thermosensibles. Mais, ils  
10 présentent de nombreux inconvénients : la toxicité des gaz considérés qui impose des procédures d'utilisation et de contrôle complexes ; l'obligation, dans certains cas (avec des matériaux plastiques par exemple), de réaliser une phase de désorption du gaz toxique après la phase de stérilisation ; enfin la longueur du traitement qui nécessite souvent plusieurs heures. En outre, il convient de noter l'effet de destruction limité sur certaines  
15 spores bactériennes (comme les spores de *Bacillus stearothermophilus*).

Aussi, une amélioration connue de ces procédés de stérilisation par des gaz biocides consiste à effectuer le traitement à basse pression (quelques Torr), ce qui permet de favoriser la diffusion du gaz ou la vaporisation d'un liquide biocide additionnel dans toute l'enceinte de stérilisation. De même, on peut optimiser ces procédés de stérilisation à basse  
20 pression en créant des cycles composés d'alternance entre des phases de diminution ou d'augmentation de la pression et des phases de traitement plasma comme le montre notamment la demande de brevet FR 2 759 590 déposée par la société SA Microondes Energie Systèmes.

On connaît également des procédés de stérilisation par plasma à basse pression qui  
25 permettent éventuellement de cumuler les effets stérilisants du gaz biocide à basse pression avec la formation, dans un plasma, à partir d'un mélange gazeux biocide tel que H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ou un mélange gazeux non biocide (en général simplement O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, N<sub>2</sub> ou un gaz rare comme l'Argon) d'espèces réactives (création de radicaux O<sup>•</sup> et OH<sup>•</sup>, d'espèces ionisées et / ou excitées). Les plasmas basse pression regroupent, dans la majorité des cas, des plasmas  
30 micro-ondes ou radiofréquences.

La stérilisation par plasma à basse pression peut être très efficace dans l'espace où est créé le plasma (espace inter-électrodes), mais, outre que la zone de stérilisation est alors très petite (environ quelques cm de hauteur), les caractéristiques du plasma dépendent très fortement de la constante diélectrique, de la nature et de la taille de l'objet à stériliser. Dans  
5 ce cas, le plasma empêche un traitement réellement homogène sur toute la surface et a une action fortement corrosive sur les objets à stériliser.

Pour améliorer un tel procédé, il faut dissocier les zones de production du plasma et de traitement (la stérilisation est alors dite effectuée en post-décharge) afin d'éviter une trop grande interaction entre le plasma et l'objet à stériliser. Cette séparation de la zone de  
10 production du plasma et de la zone de stérilisation est aisée dans un procédé basse pression car la basse pression limitant la recombinaison des espèces instables, les durées de vie des radicaux produits par le plasma à ces pressions (d'environ 1 Torr) sont importantes, ce qui leur permet d'atteindre les objets à stériliser.

Les inconvénients des procédés de stérilisation par plasma à basse pression sont,  
15 malgré cela, encore nombreux et en définitive assez proches de ceux existants dans la seule stérilisation par les gaz : le coût élevé du système complet contenant une enceinte résistante au vide et un générateur de plasma ; la complexité des dispositifs mettant en oeuvre ces procédés qui limite les applications possibles ; l'augmentation du temps de traitement due aux procédures liées au traitement à basse pression (les temps nécessaires à la mise sous  
20 vide de l'enceinte, souvent de grand volume, puis au retour à la pression atmosphérique augmentent le temps de traitement) ; l'impossibilité de stériliser des objets humides ; et l'incompatibilité vis à vis de certains matériaux.

Aussi, un autre procédé connu utilisant le principe de la post-décharge consiste à effectuer un traitement par ozone à la pression atmosphérique à partir d'un dispositif  
25 approprié appelé « ozoneur ». Ce traitement s'apparente à une stérilisation par plasma en post-décharge à pression atmosphérique dont le gaz vecteur ne contenant pas d'humidité pour favoriser la création d'ozone contient de l'oxygène. Toutefois, l'action biocide de l'ozone, qui est surtout utilisée pour la désinfection d'eau, de déchets, de gaz est assez limitée au niveau de la stérilisation. Pour obtenir de meilleures performances, il faut en  
30 général ajouter à l'ozone ( $O_3$ ) un autre agent désinfectant (par exemple du  $ClO_2$  afin de

former du  $\text{ClO}_3$  qui présente une action bactéricide en phase gazeuse). On peut également procéder à une humification du gaz ozoné en sortie de l'ozoneur ou bien simplement mouiller les objets à stériliser pour faciliter l'action biocide de ce gaz ozoné comme l'illustre les brevets US 5 868 99 (Karlson) et US 5 120 512 (Masuda). De manière

5 générale pour les procédés plasma à partir de gaz simples non biocides, la séparation entre la zone de production plasma et la zone de traitement limite l'efficacité du procédé car seules les espèces à moyenne et longue durée de vie sont encore actives au niveau de l'objet. Or, ces espèces étant moins réactives que celles à faible durée de vie, il est nécessaire d'augmenter leur concentration et le temps de traitement. Par exemple, il est

10 connu que près de 3 heures de traitement sont nécessaires pour obtenir la stérilisation de spores de *Bacillus subtilis* en présence d'humidité pour une concentration en ozone de 1500 ppm. Les concentrations en ozone utilisés dans les stérilisateur à base d'ozoneur sont beaucoup plus élevées, typiquement entre 10 000 et 80 000 ppm, Un tel niveau de production impose l'utilisation de dispositifs complexes alors que la forte concentration en

15 ozone augmente la dégradation irréversible des surfaces et matériaux des objets à stériliser. De plus, la production d'ozone en forte concentration rend nécessaire, du fait de la réglementation, le recours en sortie du système à un dispositif destructeur d'ozone particulièrement efficace du type de ceux à catalyse ou par voie thermique.

Aussi, dans la demande de brevet PCT/FR00/00644 déposée au nom de la

20 demanderesse, les inventeurs ont proposé un nouveau procédé de stérilisation à pression atmosphérique et à température ambiante utilisant un plasma en post-décharge. Ce procédé qui fonctionne à partir d'un mélange gazeux non biocide contenant de l'azote et de l'oxygène (par exemple de l'air), la stérilisation se faisant en présence d'une quantité d'humidité supérieure à 50% HR, permet d'éviter l'utilisation de dispositifs complexes de

25 fabrication de vide et le recours à des gaz biocides. Sa simplicité permet son utilisation pour des configurations diverses permettant de fragmenter la stérilisation. Son principe de fonctionnement repose sur un cycle en trois phases successives illustrées figure 6. La première phase Ph1 correspond à l'introduction du mélange gazeux non biocide contenant un fort pourcentage d'humidité dans l'enceinte de traitement. La deuxième phase Ph2

30 démarre quand le niveau d'humidité dans l'enceinte est suffisant et correspond à la phase

de stérilisation proprement dite à partir d'une décharge plasma créant des espèces ayant une action sporicide. La durée de cette phase est fixée par le niveau de décontamination désirée. La dernière phase Ph3 correspond au rinçage de l'enceinte qui marque la fin du cycle de traitement.

- 5 L'efficacité de ce procédé fonctionnant en post-décharge repose sur la possibilité de propager les espèces actives créées par la source plasma jusqu'à la surface à stériliser. La propagation des espèces d'un point à un autre de l'enceinte fait intervenir à la fois le temps de propagation effectif et les surfaces rencontrées entre les deux points. Cependant si un tel procédé est globalement satisfaisant, dans certaines conditions d'utilisations particulières,
- 10 notamment pour le traitement d'enceintes de volume important ou d'objets de formes allongées, il s'avère nécessaire soit de répartir le nombre de sources le long de la zone de stérilisation de manière à diminuer pour chaque point de la surface la distance maximum à une source, soit de prévoir dans l'enceinte des zones de propagation adaptées permettant de propager les espèces stérilisantes. Or, l'une comme l'autre de ces deux solutions ont pour
- 15 conséquence d'augmenter notablement le coût de l'enceinte de traitement en imposant notamment une connexion haute tension entre les différentes sources plasma ou une géométrie complexe pour l'enceinte.

#### Objet et définition de l'invention

20

- L'objet de la présente invention est donc de proposer un procédé amélioré de stérilisation permettant d'optimiser au mieux le temps de stérilisation pour toutes les configurations, y compris pour les enceintes de grand volume ou les objets allongés sans augmenter le coût de l'enceinte. Un but de l'invention est aussi de proposer un procédé
- 25 amélioré permettant de diminuer le nombre de sources plasma nécessaires à la stérilisation sans rendre plus complexe la fabrication de l'enceinte. Un autre but de l'invention est de proposer un procédé présentant une efficacité sporicide dans des temps raisonnables à basse température. Encore un autre but est de proposer un procédé non polluant évitant toute manipulation de produits dangereux au contraire des méthodes les plus simples
- 30 connues de stérilisation à basse température.



Selon l'invention, il est proposé un procédé de stérilisation par plasma en présence d'humidité à partir d'un gaz non biocide contenant de l'oxygène et de l'azote d'au moins un objet placé en dehors de la décharge dans une enceinte de traitement étanche soumise sensiblement à la pression atmosphérique, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes

5 suivantes :

- introduction du gaz non biocide humidifié dans l'enceinte de traitement,
- création d'une décharge d'un premier plasma A pendant une durée déterminée permettant de garantir dans l'ensemble de l'enceinte l'efficacité d'espèces stérilisantes créées lors de la phase suivante,

10 - création d'une décharge d'un second plasma B pendant une durée déterminée permettant la stérilisation dudit objet,

- rinçage de l'enceinte de traitement pendant une durée déterminée de façon à garantir une atmosphère non polluante lors de l'ouverture ultérieure de l'enceinte.

Ainsi avec cette invention, il est possible de traiter des objets de forme allongée ou

15 de manière plus générale des enceintes de grand volume avec un nombre de sources plasma limité. Les dites durées déterminées sont en outre calculées en fonction du volume de l'enceinte de traitement et des objets à traiter.

Avantageusement, la fin de l'étape de rinçage est détectée par le franchissement d'un seuil minimal d'un paramètre. Avantageusement, ce paramètre est l'humidité relative

20 et la concentration en ozone mesurée par un capteur multiparamètres placé en sortie de l'enceinte de traitement.

Selon un mode de réalisation préférentiel, la décharge plasma A et l'introduction de l'humidité sont simultanées et les décharges des premier et second plasmas utilisent la même source plasma. De préférence, les décharges des premier et second plasmas sont de

25 nature différente pour permettre une optimisation séparée de chacune des phases.

Avantageusement, le débit du gaz non biocide est différent entre les différentes phases.

Avantageusement, le choix des régimes de décharge pour les premier et second plasmas est déterminé par le motif élémentaire du signal de tension (alternatif, alternatif

30 amorti ou continu), la fréquence de répétition du motif et le courant de consigne total.

Avantageusement, la détection du courant crête permet de contrôler le régime utilisé. De préférence cette détection se fait avec une bande passante de l'ordre de la fréquence entre les impulsions.

Avantageusement, la fréquence de répétition des motifs ou un temps de latence  
5 entre les motifs élémentaires est utilisé pour limiter l'élévation de température dans le réacteur en conservant un même régime de décharge.

Dans une variante de réalisation, l'augmentation de température de l'objet est compensée par la thermalisation d'un humidificateur à évaporation à une température légèrement inférieure à celle de cet objet. Dans une autre variante de réalisation, cette  
10 compensation est obtenue par le contrôle de l'efficacité d'un vaporisateur de manière à maintenir l'humidité constante au niveau l'objet.

Avantageusement, l'alimentation haute tension est réalisée à partir d'une alimentation basse tension pulsée alimentant un transformateur utilisé comme filtre et comme élévateur de tension. Avantageusement, le contrôle de la répétition des pulses basse  
15 tension permet d'introduire un temps de latence ajustable. Dans un premier mode d'utilisation, la fréquence de répétition des pulses basse tension est inférieure à la fréquence de résonance du transformateur. Dans un second mode d'utilisation, la fréquence de répétition des pulses est égale à la fréquence de résonance du transformateur.

Dans un premier mode de réalisation, l'alimentation est régulée à partir d'une  
20 mesure d'un courant, de préférence continu pour une alimentation en tension continue, synchrone pour une alimentation en tension alternative, mesure effectuée à travers une résistance. Le courant peut être également mesuré indirectement par mesure de la charge d'un condensateur. Dans le cas d'une alimentation en tension continue, la décharge du condensateur est assurée par une mise périodique à la masse.

Dans un autre mode de réalisation, l'alimentation est régulée à partir d'une mesure  
25 de courant crête. Avantageusement, le signal utilisé pour la régulation est lissé avec une constante de temps supérieure à 100 ms, de préférence 1 s.

Les électrodes sont réalisées à partir d'une lame comportant une ou plusieurs  
30 pointes placées parallèlement à une surface plane ou cylindrique servant de contre-électrode.

Dans un mode de réalisation préférentiel, le nombre de pointes est choisi de manière à faciliter l'utilisation des différents régimes de décharge désirés pendant le traitement.

Dans une configuration préférentielle envisagée pour le dispositif, celui-ci comporte  
5 plusieurs enceintes de traitement, chaque enceinte de traitement comportant au moins une zone de production de plasma reliée de façon fixe ou non à au moins une zone de stérilisation, les zones de production de plasma étant reliées à une unité centrale commune contenant au moins la première source de gaz non-biocide, la chambre d'humidification, le système de récupération de résidus gazeux et autant d'alimentations haute tension que de  
10 sorties permettant de traiter des enceintes simultanément en appliquant des régimes de décharges différents.

Dans un mode de réalisation, la zone de stérilisation est légèrement sous pression pour permettre l'écoulement dans des capillaires fins.

Elle comporte un capteur multiparamètres pour chaque voie de connexion  
15 permettant de contrôler la composition du gaz sortant d'une enceinte avant filtration.

#### Brève description des dessins

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention ressortiront mieux de  
20 la description suivante effectuée à titre indicatif et non limitatif en regard des dessins annexés sur lesquels :

- les figures 1a et 1b sont des chronogrammes illustrant le procédé amélioré de stérilisation par plasma selon l'invention,
- la figure 2 est un schéma de principe d'un dispositif de stérilisation par plasma  
25 selon l'invention,
- la figure 3 est un schéma de principe d'une alimentation haute tension adapté au dispositif de la figure 2,
- la figure 4 illustre un exemple de réalisation du dispositif de stérilisation par plasma de la figure 1,

- la figure 5 montre un exemple de réalisation d'une enceinte de traitement conforme à la figure 2.

- la figure 5a est une vue éclatée de la figure 5 illustrant une configuration particulière de la zone de décharge, et

5       - la figure 6 est un chronogramme des différentes étapes d'un procédé de stérilisation par plasma de l'art antérieur.

#### Description d'un mode préférentiel de réalisation

10       L'invention concerne un procédé amélioré de stérilisation ayant une efficacité sporicide testée en particulier sur des spores bactériennes considérées par la Pharmacopée Européenne comme les plus résistantes : *Bacillus subtilis* et *Bacillus stearothermophilus*.

De façon générale, ce procédé met en oeuvre un mélange gazeux contenant de l'oxygène et de l'azote à partir duquel est créé un plasma basse température dont les espèces chimiques ont une action stérilisante sur l'objet à traiter en présence d'humidité.

15       L'objet à traiter est placé en dehors de l'espace où a lieu la décharge et le traitement se fait à la pression atmosphérique.

Le plasma est un gaz partiellement activé par une source électromagnétique d'énergie suffisante. Les espèces créées dans le plasma sont des espèces ionisées (molécules ou atomes), neutres (tels que les radicaux) ou excitées. Ces espèces gazeuses

20       ont une réactivité accrue qui leur permet d'interagir avec les surfaces du ou des objets à stériliser et ainsi de détruire les micro-organismes présents sur ces surfaces. A pression atmosphérique pour un plasma créée à partir d'un gaz simple non-biocide, les espèces les plus réactives sont celles ayant la plus faible durée de vie, cette efficacité dépendant fortement de la distance entre la zone de création du plasma et l'objet. Selon l'invention, il

25       est proposé de modifier le cycle de traitement tel que décrit dans la demande PCT/FR00/00644 précitée de telle sorte que, lors d'un traitement d'objets de forme allongée ou de manière plus générale d'enceintes de grand volume, l'efficacité soit garantie dans tout le volume de l'enceinte avec un nombre de source plasma minimum. Il est

30       proposé d'adapter la mise en oeuvre à ce nouveau cycle de traitement notamment en élaborant une alimentation haute tension spécifique.

Un exemple préférentiel de cycle de traitement conforme à l'invention est illustré sur les figures 1a et 1b. Ce cycle est toujours décomposé en trois phases mais ces phases sont maintenant organisées de façon différente avec : une première phase Pha de mise à l'équilibre de l'enceinte comprenant une décharge d'un premier plasma A, une deuxième phase Phb de traitement effectif comprenant une décharge d'un second plasma B et une troisième et dernière phase Phc de rinçage. La diminution du temps total du cycle passe par l'optimisation de chacune de ces trois phases en tenant compte de son effet notamment sur la phase éventuellement suivante.

L'objectif de la première phase Pha est d'amener l'ensemble de l'enceinte dans des conditions permettant aux espèces qui seront créées durant la phase suivante Phb de se propager sur l'ensemble des surfaces à traiter et d'avoir une action sporicide dans des temps raisonnables. Elle comprend, comme dans le procédé précité, nécessairement l'introduction de manière homogène de l'humidité qui est une condition minimum nécessaire pour la création des espèces durant la seconde phase Phb. Mais, elle comprend de plus une décharge concomitante ou non d'un premier plasma n'ayant pas nécessairement une action sporicide importante mais indispensable pour assurer une mise à l'équilibre de l'enceinte avant l'engagement de la phase suivante. Un démarrage simultané du premier plasma et de l'introduction de l'humidité permet en outre de réduire de manière significative le temps total de traitement comme l'illustre la figure 1b. La durée de cette phase est déterminée en fonction du volume de l'enceinte et des objets à stériliser.

En effet, comme le montre le tableau 1 suivant issu d'essais effectués par les inventeurs, avec le procédé de la demande internationale précitée, dans le cas de la stérilisation d'objets de forme très allongée tels que les canaux d'endoscope ou de volume important, il s'écoule un temps déterminé T0 avant que le plasma ait un effet sporicide. Ce temps T0 ne dépend pas uniquement d'un temps de résistance associé aux spores mais aussi de la nature des parois de l'enceinte.

Distance [cm]	Temps d'équilibre [min.]	
	Verre	acier inoxydable
13	0	0

23	3	16
30	15	42

Tableau 1 : temps de stabilisation T0 avant stérilisation (hors humidité) dans un tube de diamètre interne de 25mm

5

Il existe donc ainsi une distance critique entre la source et la surface à traiter à partir de laquelle apparaît ce phénomène d'absence d'effet sporicide immédiat. Ce temps de stabilisation T0 dont il faut tenir compte pour garantir l'état stérile en fin de cycle augmente donc le temps total de traitement.

10

La deuxième phase Phb est la phase de traitement effectif, de durée 12D dans le cas de la stérilisation. D est mesuré à partir des tests effectués pour les conditions les plus défavorables sur les microorganismes considérés comme les plus résistants. Le second plasma est optimisé pour avoir une action sporicide maximum en limitant la dégradation des matériaux.

15

La dernière phase doit permettre un retour de l'enceinte à une atmosphère compatible avec le stockage de l'enceinte et son ouverture ultérieure par circulation du gaz non humidifié.

20

Un schéma de principe d'un dispositif de stérilisation par plasma mettant en oeuvre le procédé amélioré selon l'invention est illustré à la figure 2. Ce dispositif est organisé autour d'une enceinte de traitement 10 séparée en deux zones : une zone de production du plasma 10a à l'intérieur de laquelle, par une décharge entre deux électrodes, est créé un plasma et une zone de stérilisation 10b où est placé l'objet à traiter. La décharge est produite à partir d'un mélange gazeux non-biocide fourni par une source de gaz 12 via une chambre d'humidification 14. La chambre d'humidification possède au minimum deux

25 voies, une voie à humidité maximum et une voie à humidité minimum, dite voie sèche. Le choix entre les deux voies se fait en fonction de la phase en cours: voie humide pendant la phase Phb et une partie au moins de la phase Pha, voie sèche pendant la phase Phc. Cette enceinte de traitement est entièrement fermée.

Le mélange gazeux contient de l'oxygène et de l'azote et sa composition peut varier en fonction de la nature de l'objet à stériliser. Du taux d'oxygène contenu dans le mélange dépend l'agressivité du mélange vis à vis des matériaux constitutifs des objets à stériliser. Le mélange gazeux doit contenir au minimum 10% d'oxygène et 10% d'azote pour assurer un effet sporicide acceptable comme le montre le tableau suivant (les échantillons contiennent des spores bactériennes de *Bacillus subtilis*) :

10

HR=80%	20% O <sub>2</sub> dans N <sub>2</sub>		20% O <sub>2</sub> dans Ar	
Temps [min]	Spores vivantes	O <sub>3</sub> [ppm]	Spores vivantes	O <sub>3</sub> [ppm]
0	10 <sup>6</sup> (T)	750	10 <sup>6</sup> (T)	1000
10	10 <sup>3</sup>		10 <sup>6</sup> (T)	
20	<10		10 <sup>6</sup> (T)	

Tableau 2 : comparaison de l'efficacité d'une décharge à partir d'un gaz vecteur contenant de l'argon et de l'azote et mesure d'ozone associée (T signifie échantillon au niveau du témoin).

15

Avantageusement, ce mélange peut être de l'air ambiant obtenu à partir d'un compresseur. Le taux d'humidité relative dans la zone de stérilisation durant la deuxième phase Phb, donc au niveau des objets à traiter, est compris entre 50% et 100%, avantageusement supérieur ou égal à 70%. Le tableau suivant montre l'importance de ce paramètre :

20

Traitement de 20 min.	
Humidité relative [%]	Spores vivantes
10	10 <sup>6</sup> (T)

20	$10^6$ (T)
30	$10^6$ (T)
40	$10^5$
50	$10^4$
60	$10^2$
70	<10

Tableau 3 : comparaison de l'efficacité à un temps identique pour une HR de 20% à 80%.

5 Le débit d'entrée du mélange gazeux dans l'enceinte de traitement 10 est ajusté en fonction de la taille et de la quantité des objets à stériliser et de la phase en cours, par un dispositif de contrôle (par exemple une vanne 16) disposé en sortie de la source de gaz 12 et permettant un contrôle de sa vitesse d'écoulement et de sa concentration.

10 L'objet à stériliser 20 est placé sur un support, qui doit permettre la circulation de l'agent stérilisant sur toute sa surface, dans la zone de stérilisation 10b, c'est à dire en dehors de la zone de production du plasma (zone inter-électrodes de création de la décharge).

Dans l'exemple illustré, l'alimentation se fait par un mélange gazeux humide et la zone de production du plasma comprend d'une part un orifice d'entrée pour l'arrivée du gaz vecteur et d'autre part deux électrodes, une électrode haute tension 24 alimentée par un  
15 générateur haute tension basse fréquence 26 et une électrode de masse 28, destinées à produire entre elles une décharge électrique dite décharge « couronne ». La décharge couronne est caractérisée par l'utilisation de deux électrodes ayant un rayon de courbure très différent. L'augmentation du champ électrique près de l'électrode à faible rayon de  
20 courbure permet de diminuer la tension nécessaire à l'apparition de la décharge tout en utilisant une alimentation en tension qui peut être basse fréquence car n'utilisant pas d'effet de résonance au niveau des électrodes.



L'orifice d'arrivée du gaz vecteur 30 est situé de préférence près des électrodes 24 et 28 pour optimiser son passage dans l'espace inter-électrodes, la production du plasma étant localisée dans cet espace inter-électrodes. Un orifice de sortie du gaz 32 est situé quant à lui dans la zone de stérilisation 10b en aval de l'objet à traiter par rapport au sens d'écoulement naturel du gaz.

Un capteur d'humidité et de température 40 est placé en sortie de l'humidificateur pour vérifier la quantité de vapeur d'eau présente dans le gaz en entrée de la zone de décharge 10a. Un filtre bactériologique 42 est placé entre le capteur et l'entrée 30 pour garantir la stérilité du gaz injecté, en particulier lors de la dernière phase Phc de rinçage.

Les résidus (effluents) gazeux résultant de la décharge sont évacués par la sortie 32 vers un système de récupération 22 pour ne pas dépasser les concentrations limites fixées par la réglementation. Dans le cas de l'ozone, par exemple la valeur moyenne d'exposition admise sur un lieu de travail sur 8 heures est de 0,1 ppm selon la norme de l'Occupational Safety Health Administration). Le gaz sortant du système de récupération 22 est analysé, par exemple avec un capteur d'ozone 44 pour vérifier le bon fonctionnement du filtrage avant le rejet vers l'extérieur.

Un capteur 46 multi-paramètres est placé avant le filtre 42 pour analyser le gaz en sortie du réacteur 10. De préférence, ce capteur est sensible à la température, à l'humidité et à la composition chimique du gaz, par exemple en ozone.

Les mesures provenant des capteurs 40, 44 et 46 et de la source 26 sont centralisées vers un organe de contrôle 50 qui pilote le passage entre les différentes phases du cycle en changeant les consignes envoyées vers la source haute tension 26, la vanne 16 et l'humidificateur 14.

Les première et deuxième phases de création de plasma ayant un rôle différent : mise à l'équilibre pour le premier plasma en créant les conditions chimiques favorables à la stérilisation, effet sporicide pour le second plasma, il est préférable de pouvoir disposer de différents types de régimes de décharges correspondant à différentes productions chimiques pour pouvoir optimiser le procédé. Pour obtenir ces différents régimes, il est possible d'utiliser des sources plasma différentes. L'objectif général des différentes solutions proposées ci-après est l'augmentation du nombre de régime de décharge atteignables à

partir d'une configuration donnée pour permettre une optimisation maximum du procédé et les moyens permettant leur contrôle. Par exemple, pour un type de signal haute tension donné défini par sa polarité, sa forme et sa fréquence, le signal associé à des électrodes données, le régime de décharge et la production d'espèces chimiques dépendent de

5 l'intensité et de la forme du courant. Le courant total mesuré sur l'électrode de masse contient différentes composantes associées à des effets physiques différents. Par exemple, pour une tension continue positive, associée à une géométrie de type pointe-plan, le courant est, en dessous d'un seuil en tension, composé uniquement d'une composante continue attribuée à un régime dit de « glow ». A une tension supérieure vient s'ajouter un courant

10 dit impulsionnel composé d'impulsions de forte amplitude, typiquement quelques milliampères et de faible durée, typiquement 100 ns, associées au régime dit de « streamers ». Une tension supérieure fait apparaître un courant continu d'arc électrique correspondant à l'apparition d'un canal conducteur dans le gaz.

L'utilisation d'une tension alternative permet de placer un diélectrique sur l'une ou

15 l'autre des électrodes, de préférence sur l'électrode plane et de retarder le passage à l'arc électrique. On parle alors de décharge DBD (Dielectric Barrier Discharge). Il apparaît alors des régimes d'énergie intermédiaire qui permettent de traverser différentes zones de production chimique. De nouvelles impulsions apparaissent alors de très forte amplitude, typiquement quelques centaines de milliampères et de faible durée, typiquement 100 ns. Ce

20 type de décharge DBD offre donc une plus grande souplesse dans le choix du type de régime. De même, la production d'espèces chimiques par le plasma dépend fortement de la présence du courant impulsionnel. Pour une décharge en tension continue, la quantité de charge associée au courant impulsionnel est du même ordre de grandeur que la quantité de charge associée au courant continu. En décharge DBD, la quantité de charge associée au

25 courant synchrone peut rester bien supérieure à la quantité de charge provenant des impulsions, particulièrement dans les régimes de faible puissance utilisée pour le procédé discuté.

L'impédance effective de la décharge donnant la relation entre courant et tension peut évoluer au cours du temps et dépend fortement de la géométrie des électrodes. La

30 régulation de l'alimentation haute tension se fait donc de préférence à courant constant

pour maintenir le même régime de décharge et la même production d'espèces chimiques afin d'assurer un effet stérilisant constant. Pour des électrodes linéaires, le régime de décharge et la production d'espèces chimiques sont une fonction du courant par unité de longueur.

- 5 Pour déterminer le régime utilisé, il est en théorie nécessaire d'utiliser une acquisition à très haute fréquence sur un grand nombre de points pour pouvoir différencier les différentes composantes du courant. Les inventeurs ont montré qu'il était en pratique possible d'utiliser quelques mesures plus simples et donc plus économiques pour mesurer le courant continu ou synchrone et le courant crête associé aux différents types de courant
- 10 de décharge dont le rôle est prépondérant dans le procédé de l'invention, même pour les régimes à faible puissance utilisés. Ceci est particulièrement vrai en décharge DBD même quand la quantité de charge associée est faible. La mesure du courant crête dans ce cas est donc particulièrement adaptée puisqu'elle permet d'obtenir un signal très sensible à la présence de ce type d'impulsions, ce que ne permet pas une simple mesure de puissance ou
- 15 de courant moyen.

Dans ce cas, il est donc particulièrement utile d'utiliser le courant crête au minimum comme mesure de contrôle, au mieux comme paramètre de régulation. Il est nécessaire dans ce cas de prévoir une constante d'intégration suffisante pour ne pas tenir compte des fluctuations « naturelles » de l'amplitude des impulsions.

- 20 Il est également possible d'utiliser une mesure indirecte du courant en mesurant la charge d'un condensateur. Cette mesure est directe dans le cas d'une alimentation alternative puisque la décharge du condensateur est automatique. Dans le cas d'une alimentation en tension continue, il est nécessaire de prévoir une décharge périodique du condensateur.

- 25 Le signal de tension appliqué sur l'électrode haute tension peut être continu ou en créneaux, de signe positif ou négatif, alternatif ou même pulsé en fonction du régime de décharge choisi pour chacune des phases. Il est donc préférable pour le générateur de disposer d'une solution offrant le maximum de modularité en terme d'amplitude et de forme.

A titre d'exemple, le générateur peut être réalisé tel que décrit sur la figure 3. Un transformateur 100 ayant une fréquence de résonance située dans les basses fréquences, typiquement inférieur à 100 kHz est alimenté par une source basse tension continue 102 fonctionnant de préférence en source de courant via un transistor utilisé comme interrupteur commandé 104. La durée de l'impulsion 106 est réglée de manière à optimiser le courant de rupture, le transformateur servant à la fois d'élément élévateur de tension et de filtre et fournissant un motif élémentaire sinusoïdal. La fréquence de répétition du pulse est déterminée par le générateur de pulse 114 d'après la consigne fournie par l'organe de contrôle 50. En répétant ce pulse à la fréquence de résonance du transformateur, on obtient un signal quasi-sinusoïdal 108. En diminuant la fréquence de répétition, on obtient une alimentation pulsée avec un motif élémentaire comportant une sinusoïde amortie 110. Pour obtenir une alimentation en tension continue, il est nécessaire de placer un système redresseur en sortie de transformateur. Il est également possible dans tous les cas de motif continu, sinusoïdal ou sinusoïdal amorti d'introduire un temps de latence entre les motifs correspondant à une tension nulle en sortie du transformateur pour obtenir un signal comportant une enveloppe de type rectangulaire, par exemple de type 112 pour un motif sinusoïdal. L'amplitude du signal dépend de la valeur de la tension continue appliquée au transformateur. La régulation peut être effectuée à partir d'une mesure de courant ou de tension en 118 dont la comparaison à une consigne à l'intérieur d'un comparateur 116 permet d'agir sur la source basse tension 102. Les inventeurs ont pu montrer que ce type d'alimentation de conception très simple et à faible coût permet d'obtenir une décharge stable. Elle a en outre le grand avantage de permettre le choix par simple programmation entre différents types de signaux haute tension, tout en restant très simple. A l'intérieur d'un même régime de décharge, tant que la saturation chimique provenant de la recombinaison des espèces instables n'est pas atteinte, l'augmentation du courant permet d'augmenter la production d'espèces. Une optimisation potentielle de l'efficacité pour un régime de décharge choisi passe donc par une augmentation du courant total sans changement de régime.

La configuration la plus simple pour obtenir une décharge couronne est une configuration dite pointe-plan dans laquelle le jeu d'électrodes est composé par une pointe

placée perpendiculairement à un plan. Cette configuration permet de déterminer une relation entre courant et champ électrique caractérisant les différents régimes de décharge. Par extension d'une configuration pointe-plan, il est possible de multiplier le nombre de pointe en les plaçant sur une même lame parallèle au plan. Pour un régime de décharge défini à partir de la configuration pointe-plan, il est ainsi possible d'augmenter le courant total à tension constante sans changement de régime en augmentant le nombre de pointes. Cette augmentation de courant à régime de décharge et tension constants est possible tant que les pointes sont électriquement indépendantes, c'est à dire tant que leur distance de séparation reste supérieure à  $2d$ ,  $d$  étant la distance inter-électrodes. Au-delà de cette densité, le courant total sature à champ électrique constant.

De même, les inventeurs ont pu montrer qu'il était possible d'augmenter le courant total maximum à régime de décharge fixé en augmentant la densité de pointes au-delà de la dépendance électrique. Par exemple pour une décharge en tension continue, il est possible de repousser le passage à l'arc qui correspond à un changement de régime net en augmentant la densité de pointes. Ainsi, il a été possible d'obtenir une densité de courant en régime de streamer de l'ordre de  $162 \mu\text{A/cm}$  pour une distance entre pointes de 1 mm avec une distance inter-électrodes de 10 mm, alors que cette densité est limitée à  $70 \mu\text{A/cm}$  pour une distance entre pointes de 10 mm comme l'illustre le tableau suivant :

Distance entre pointes [mm]	Courant max. [ $\mu\text{A/cm}$ ]
10	70
5	100
2	125
1	162

Tableau 4 : effet du nombre de pointes sur le courant maximum avant passage à l'arc pour une distance inter-électrodes de 10 mm.

Il est à noter que le passage à l'arc pose des problèmes de stabilité, augmente les problèmes de compatibilité électromagnétique et de résistance mécanique des électrodes et que cela correspond donc à un régime plus difficile à utiliser.

- 5 L'augmentation de la densité de pointes permet donc d'étendre les domaines de tension correspondant à chaque régime de décharge. Cette augmentation du domaine de fonctionnement correspond à une augmentation de la stabilité de chaque régime, ce qui réduit les contraintes sur la régulation. La limite de densité est donnée par les contraintes de fabrication liées à l'électrode et par la tension maximum pouvant être délivrée par le
- 10 générateur.

- Des essais effectués par les inventeurs ont montré que plus l'humidité relative au niveau de l'objet est importante plus court est le temps de stérilisation (voir notamment le tableau 3 précédent). D'autre part, comme le montre le tableau suivant, une élévation de température de la surface à stériliser entraîne également une diminution de l'effet
- 15 stérilisant.

20

Traitement de 15 min.	
Ecart de température	Spores vivantes
-5	<10
0	<10
5	$10^6$ (T)

Tableau 5 : effet du chauffage de l'échantillon.

Il est donc nécessaire de maintenir l'humidité relative, mesurée à la température de l'objet si celle-ci est différente de la température de la chambre d'humidification, au-dessus d'une valeur critique estimée à environ 50%. Il est intéressant de noter qu'il n'est pas nécessaire d'humidifier les objets ou de provoquer une condensation uniforme: l'objet et l'humidificateur peuvent rester à la même température. Les inventeurs ont de plus vérifié que la stérilisation était efficace même sur des objets humides.

La décharge électrique produit une puissance qui se dissipe au niveau du gaz de la zone de décharge et des électrodes. Cet échauffement peut provoquer une montée en température des surfaces à stériliser et donc supprimer l'effet sporicide en réduisant l'humidité relative locale comme cela a été montré avec le tableau 3 précité. Il existe donc une puissance maximum à ne pas dissiper dépendant de la configuration, en particulier pour la seconde décharge plasma durant la deuxième phase Phb. Or certains régimes de décharge ne sont électriquement pas atteignables sans une certaine puissance électrique instantanée minimum. C'est par exemple le cas en décharge de type DBD : il existe nécessairement une puissance minimum devant être dissipée par le courant synchrone avant l'apparition des impulsions de forte amplitude associées à ce régime.

Une première solution consiste à réduire l'échauffement en utilisant une alimentation alternative pulsée ou à enveloppe rectangulaire permettant de réduire la puissance moyenne dissipée tout en conservant une puissance instantanée suffisante électriquement

Une seconde solution consiste, lorsque l'humidificateur est un humidificateur à évaporation, à maintenir la température de l'humidificateur à une température proche et légèrement inférieure à la température de la surface à stériliser de manière à maintenir une humidité relative constante au niveau de l'objet. Cette configuration ne s'applique que dans le cas de surfaces simples dont la température peut être mesurée directement ou estimée à partir de la température du gaz environnant. De plus, il faut s'assurer qu'il n'existe pas de point froid entre l'humidificateur et la zone de décharge.

Une autre solution consiste à utiliser un humidificateur à vaporisation pour saturer le gaz en eau afin que l'humidité relative après échauffement soit suffisante. Dans ce cas, la décharge sert également d'évaporateur aux micro-gouttelettes créées par

l'humidificateur : la vaporisation est réglée de manière à maintenir l'humidité à la température de l'objet à un niveau suffisant. Cette configuration demande un contrôle précis des gradients de température et ne fonctionne que si la quantité de micro-gouttelettes nécessaire n'est pas supérieure à la limite acceptable par la décharge.

- 5 La première phase Pha de mise à l'équilibre du réacteur se termine quand l'action stérilisante des espèces produites par le second plasma peut effectivement débuter, soit quand les conditions chimiques sont favorables à la stérilisation, à la fois en terme d'humidité et d'équilibre chimique plus général. L'apport de vapeur d'eau est assuré par le débit de gaz passant par la chambre d'humidification : il est donc limité par la capacité de
- 10 la chambre d'humidification à humidifier un débit donné. L'effet de la décharge du premier plasma est limité par la production maximum de la zone de décharge qui est une fonction du débit. Dans le cas général, il existe donc un débit optimum qui doit tenir compte des deux objectifs. Dans certains cas, l'introduction de l'humidité et la décharge du premier plasma peuvent ne pas être simultanées. A la fin de la phase Pha, l'humidité mesurée au
- 15 niveau du capteur 46 permet de vérifier que le seuil d'humidité nécessaire est atteint.

- La décharge du premier plasma est choisie de manière à minimiser le temps de mise à l'équilibre de l'enceinte. La puissance doit être choisie de manière à garantir une température acceptable en fin de cycle de traitement. Ceci peut par exemple impliquer d'appliquer une puissance décroissante au cours du temps pour permettre un retour à une
- 20 température inférieure.

- La décharge du second plasma est choisie en fonction de son action sporicide en présence d'humidité. Sa puissance est limitée pour garantir une température acceptable pendant toute sa durée. Parmi les différentes possibilités, les inventeurs ont par exemple montré (voir le tableau suivant) que le régime de streamer en tension continu ou le régime
- 25 en décharge DBD pulsée avaient une action sporicide menant à des temps de réduction décimal D mesurés sur des spores bactériennes de *Bacillus subtilis* de l'ordre de quelques minutes pour des puissances inférieures à 1 W/L

Temps [min.]	Spores vivantes	
	Décharge continue	Décharge DBD



0	$10^6$ (T)	$10^6$ (T)
10	$10^3$	$10^5$
20	< 10	$10^2$
30	< 10	< 10

Tableau 7 : comparaison entre la décharge en tension continue et la décharge DBD.

5 Le capteur 46 permet de vérifier que l'humidité est suffisante pendant tout le déroulement de la phase Phb.

Enfin, la troisième phase Phc est une phase de rinçage effectuée à partir du gaz non humidifié. Le paramètre principal est donc le débit dépendant du volume de l'enceinte.

10 Le capteur multiparamètres 46 placé en sortie de l'enceinte de traitement 10 permet de déterminer la fin de la phase Phc correspondant au retour à une composition chimique acceptable pour le stockage. De préférence, le critère est basé sur la mesure d'humidité et d'ozone fourni par ce capteur. Le capteur d'ozone est de préférence un capteur fonctionnant dans une gamme intermédiaire, typiquement 1 à 3000 ppm

15 Un premier exemple de réalisation d'un dispositif de stérilisation conforme au principe énoncé précédemment est illustré à la figure 4. Il s'agit d'un ensemble modulaire avec une unité centrale 60 à laquelle sont reliés différents types d'enceintes de traitement 74-80, 120. Cette configuration modulaire permet de traiter, simultanément ou non, un ensemble d'enceintes adaptées en nombre, forme et volume à ces objets à partir d'une seule unité centrale comportant une ou plusieurs alimentations haute tension et d'un seul système de gestion du gaz (assurant l'alimentation et la récupération) contenu dans l'unité centrale.

20 L'utilisation de plusieurs alimentations haute tension et de plusieurs chambres d'humidification permet de simplifier le système de régulation et permet une utilisation asynchrone de boîtiers différents et le recours à plusieurs capteurs multiparamètres permet de contrôler la composition du gaz récupéré avant filtration pour déterminer ou vérifier le

25 temps associé à chaque phase. La zone de stérilisation peut être de taille variable ou

standardisée selon les besoins de l'utilisateur. En adaptant la forme et le volume de la zone aux objets à stériliser, il est possible d'optimiser la circulation de l'agent stérilisant (sa vitesse d'écoulement et sa concentration) autour des objets et ainsi d'assurer un traitement homogène. Le gaz après traitement est ensuite retourné à cette unité centrale par une ou plusieurs entrées d'évacuation du gaz. Ce type de dispositif peut être proposé car le faible coût de mise en oeuvre du procédé permet de multiplier les zones de traitement et donc de fragmenter les volumes traités.

Cet ensemble modulaire comporte une unité centrale commune contenant la source de mélange gazeux, une ou plusieurs chambres d'humidification et une ou plusieurs alimentations haute tension. L'unité centrale 60 comporte une ou plusieurs sorties de gaz (par exemple 62) et un nombre correspondant de sorties haute tension (par exemple 64) alimentant une ou plusieurs enceintes de traitement comportant chacune une zone de production du plasma 68, 70, 72 correspondant à la zone de production du plasma 10a et fournissant du gaz stérilisant à une zone de stérilisation 76, 78, 80 correspondant à la zone de stérilisation 10b contenant les objets devant être traités. Les zones de production du plasma et de stérilisation peuvent former deux zones distinctes d'une même enceinte (par exemple les enceintes 74 et 130), ou elles peuvent intégrer chacune une enceinte séparée appelée alors enceinte de production du plasma (dans le cas des enceintes 68, 70, 72) ou enceinte de stérilisation (pour les enceintes 76, 78, 80). Avantagusement, tout ou partie de l'ensemble du dispositif est placé dans une cage de Faraday pour limiter les interférences créées par la décharge.

Des moyens d'indication et de commande 84, 86, 88, 90 disposés sur l'unité centrale 60 en regard des enceintes correspondantes auxquelles ils sont associés permettent d'assurer un contrôle individuel de chaque enceinte en assurant le démarrage du cycle de stérilisation et le réglage du temps des différentes phases du traitement, en réglant le débit de consigne, le courant de régulation appropriés et la forme du signal de tension, et éventuellement en définissant la composition du mélange gazeux à mettre en oeuvre. Le volume de l'enceinte détermine le nombre et la taille des sources plasma utilisées : il a donc une influence directe sur la consigne de débit et de courant. Cette consigne dépend aussi du régime de décharge choisi, donc de la phase en cours.

Le suivi des différentes commandes est assuré par la sortie d'une étiquette imprimée 94 sur une imprimante 96 intégrée à l'unité centrale 60. Pour chaque enceinte, qui porte un numéro d'identification spécifique, il est ainsi possible de mentionner sur cette étiquette la date du traitement et les paramètres du cycle de stérilisation, notamment sa

5 durée. Les enceintes peuvent être munies d'un système d'identification automatique, par exemple à base de codes barres ou d'étiquettes électroniques 98a de type RFID (RadioFrequency IDdentification) ou de type IRC (InfraRed Communication), qui permet par l'intermédiaire d'un lecteur correspondant 98b de l'unité centrale de déterminer automatiquement les valeurs de débit de consigne et le courant de régulation appropriés et

10 de calculer le temps des différentes phases du cycle de stérilisation. Ces étiquettes électroniques peuvent être placées à l'intérieur de l'enceinte et être avantageusement munies de capteurs permettant de contrôler le cycle de stérilisation, notamment des capteurs de mesure chimiques pour par exemple la mesure de l'humidité, de l'ozone, du pH, ou du taux en dioxyde d'azote.

15 Les figures 5 et 5a illustrent un exemple de réalisation d'une enceinte de traitement plus spécialement adaptée à la stérilisation d'un endoscope et munie d'une zone unique de production de plasma.

Cette enceinte de traitement 120 se caractérise par une géométrie particulière des électrodes constituant la zone de production du plasma qui permet également la production

20 in-situ des espèces chimiques stérilisantes. En effet, avec les techniques de stérilisation conventionnelles, les zones internes des objets peuvent poser des difficultés de stérilisation si les principes actifs ont du mal à les atteindre. Le problème est particulièrement vrai pour les cavités ou l'intérieur des tubes, comme par exemple dans le cas des canaux des endoscopes. Or, le procédé de stérilisation de l'invention qui peut parfaitement être

25 appliqué à la stérilisation de ces cavités permet également de résoudre simplement ce problème d'accès à ces zones internes d'objets de forme très allongée.

L'enceinte 120 se présente sous la forme d'un boîtier pouvant être hermétiquement fermé et dont l'espace intérieur (la zone de stérilisation proprement dite) est arrangé en fonction de la forme de l'objet à traiter 122. Ainsi, dans l'exemple illustré, l'endoscope

30 étant replié à plat dans l'enceinte, il est défini une zone unique de production du plasma

124 au niveau de la tête 126 de l'endoscope . Le gaz vecteur est amené au boîtier de l'unité centrale 60 par une liaison externe 128 et est redistribué à la zone de production du plasma respectivement par une canalisation interne 130. Les électrodes de cette zone de production du plasma sont reliées par une liaison 132 à un connecteur haute tension externe 134 en liaison avec un connecteur compatible correspondant 136 de l'unité centrale commune 60. Une liaison 138 permet l'évacuation vers cette unité centrale 60 du gaz après traitement. Pour assurer une bonne stérilisation de la surface interne du canal de l'endoscope 140, la zone de stérilisation est formée d'une première zone 142 entourant la tête de l'endoscope 126 et maintenue en légère surpression pour assurer le débit désiré à l'intérieur du canal 140, le reste de l'instrument étant placé dans une seconde zone 144 séparée de la précédente par un passage 146 de diamètre déterminé et qui permettra le traitement de la surface externe de l'endoscope. Ce passage en créant une restriction annulaire autour de l'endoscope permet de maintenir la première zone 142 légèrement sous pression. Dans un mode de réalisation alternatif, il est possible de relier le bout du canal à une pompe permettant de créer une légère dépression afin d'assurer l'écoulement dans le canal afin d'utiliser la même source plasma.

Bien entendu, des clapets anti-retour et/ou des filtres anti-bactériens sont prévus aux interfaces du boîtier 100 pour assurer son étanchéité après sa déconnexion de l'unité centrale commune 60. Un contrôle individuel de ce boîtier est assuré par un moyen d'indication et de commande 92 placé sur l'unité centrale.

Le procédé amélioré ainsi décrit est à la fois simple de conception, car l'enceinte n'a pas besoin de résister à des différences de pression importante et le système d'alimentation en gaz est simplifié, et simple d'utilisation, car il n'y a pas de produits chimiques à manipuler avant et après le cycle de stérilisation et les risques de pollution sont limités. En outre, le système d'alimentation haute tension est à basse fréquence présente une structure simple et adaptable à différentes configurations.

Les applications proposées concernent essentiellement le domaine médical mais le procédé peut être étendu à bien d'autres applications industrielles, par exemple dans les domaines agroalimentaire ou pharmaceutique.

## REVENDECATIONS

1. Procédé de stérilisation par plasma en présence d'humidité (14) à partir d'un gaz non biocide contenant de l'oxygène et de l'azote d'au moins un objet (20) placé en dehors de la décharge dans une enceinte de traitement étanche (10) soumise sensiblement à la pression atmosphérique, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes :
- introduction du gaz non biocide humidifié dans l'enceinte de traitement,
  - création d'une décharge d'un premier plasma A pendant une durée déterminée permettant de garantir l'efficacité d'espèces stérilisantes créées lors de la phase suivante dans l'ensemble de l'enceinte,
  - création d'une décharge d'un second plasma B pendant une durée déterminée permettant la stérilisation dudit objet,
  - rinçage de l'enceinte de traitement pendant une durée déterminée de façon à garantir une atmosphère non polluante lors de l'ouverture ultérieure de l'enceinte.
2. Procédé de stérilisation selon la revendication 1, caractérisé en ce que lesdites durées déterminées sont en outre calculées en fonction du volume de l'enceinte de traitement.
3. Procédé de stérilisation selon la revendication 1, caractérisé en ce que la fin de l'étape de rinçage est détectée par le franchissement d'un seuil mesuré par un capteur multiparamètres (46) placé en sortie de l'enceinte de traitement.
4. Procédé de stérilisation selon la revendication 1, caractérisé en ce que la décharge du premier plasma et l'introduction de l'humidité sont simultanées.
5. Procédé de stérilisation selon la revendication 1, caractérisé en ce que les décharges des premier et second plasma utilisent une même source plasma (12).
6. Procédé de stérilisation selon la revendication 5, caractérisé en ce que les décharges des premier et second plasma sont de nature différentes pour permettre une optimisation séparée de chacune des phases.
7. Procédé de stérilisation selon la revendication 1, caractérisé en ce que le débit du gaz non biocide est différent entre les différentes phases.

8. Procédé de stérilisation selon la revendication 1, caractérisé en ce que le choix des régimes de décharge pour les premier et second plasmas est déterminé par le type de motif du signal de tension (sinusoïdal, sinusoïdal amorti ou continu), la fréquence de répétition du motif et le courant de consigne total.

5 9. Procédé de stérilisation selon la revendication 1, caractérisé en ce que le contrôle du régime de décharge utilisé est effectué par la détection du courant crête.

10. Procédé de stérilisation selon la revendication 9, caractérisé en ce que ladite détection se fait avec une bande passante de l'ordre de la fréquence entre les impulsions.

10 11. Procédé de stérilisation selon la revendication 1, caractérisé en ce que la fréquence de répétition du motif ou un temps de latence entre les motifs est utilisé pour limiter l'élévation de température au niveau de l'objet à stériliser en conservant un même régime de décharge.

15 12. Procédé de stérilisation selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il est en outre prévu une thermalisation d'un humidificateur à évaporation à une température légèrement inférieure à celle de l'objet pour compenser l'élévation de température due à la décharge.

13. Procédé de stérilisation selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il est en outre prévu un contrôle de l'efficacité d'un vaporisateur de façon à compenser l'élévation de température due à la décharge.

20 14. Procédé de stérilisation selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'alimentation haute tension est réalisée à partir d'une alimentation basse tension pulsée (102) alimentant un transformateur (100) utilisé comme filtre et comme élévateur de tension.

25 15. Procédé de stérilisation selon la revendication 14, caractérisé en ce que le contrôle de la répétition des pulses basse tension permet de définir le motif élémentaire et d'introduire un temps de latence ajustable.

16. Procédé de stérilisation selon la revendication 14, caractérisé en ce que, la fréquence de répétition des impulsions basse tension est inférieure à la fréquence de résonance du transformateur.

17. Procédé de stérilisation selon la revendication 14, caractérisé en ce que la fréquence de répétition des impulsions basse tension est égale à la fréquence de résonance du transformateur.

5 18. Procédé de stérilisation selon la revendication 14, caractérisé en ce que l'alimentation est régulée à partir d'une mesure d'un courant, de préférence continu pour une alimentation continue, synchrone pour une alimentation alternative.

19. Procédé de stérilisation selon la revendication 18, caractérisé en ce que ladite mesure de courant est effectuée à travers une résistance ou par mesure de la charge d'un condensateur.

10 20. Procédé de stérilisation selon la revendication 19, caractérisé en ce que, dans le cas d'une alimentation continue, la décharge du condensateur est assurée par une mise périodique à la masse.

21. Procédé de stérilisation selon la revendication 18, caractérisé en ce que l'alimentation est régulée à partir d'une mesure de courant crête.

15 22. Procédé de stérilisation selon la revendication 21, caractérisé en ce que le signal utilisé pour la régulation est lissé avec une constante de temps supérieure à 100 ms, de préférence 1 s.

20 23. Procédé de stérilisation selon la revendication 1, caractérisé en ce que les électrodes sont réalisées à partir d'une lame comportant une ou plusieurs pointes parallèle à une surface plane ou cylindrique servant de contre-électrodes.

24. Procédé de stérilisation selon la revendication 23, caractérisé en ce que le nombre de pointes est choisi de manière à faciliter l'utilisation des différents régimes de décharge désirés pendant le traitement.

25 25. Dispositif de stérilisation comportant plusieurs enceintes de traitement, chaque enceinte de traitement comportant au moins une zone de production de plasma reliée de façon fixe ou non à au moins une zone de stérilisation, les zones de production de plasma étant reliées à une unité centrale commune contenant au moins la première source de gaz non-biocide, la chambre d'humidification, le système de récupération de résidus gazeux et l'alimentation haute tension, dispositif caractérisé en ce que l'unité centrale

comporte autant d'alimentations haute tension que de sorties permettant de traiter des enceintes simultanément en appliquant des régimes de décharges différents.

26. Dispositif de stérilisation selon la revendication 25, caractérisé en ce que la zone de stérilisation est légèrement sous pression pour permettre l'écoulement dans des capillaires fins.

27. Dispositif de stérilisation selon la revendication 25, caractérisé en ce que l'unité centrale commune comporte un capteur multiparamètres pour chaque voie de connexion permettant de contrôler la composition du gaz sortant d'une enceinte avant filtration.

28. Dispositif de stérilisation selon la revendication 27, caractérisé en ce que ledit capteur permet de mesurer l'humidité et la concentration en ozone.



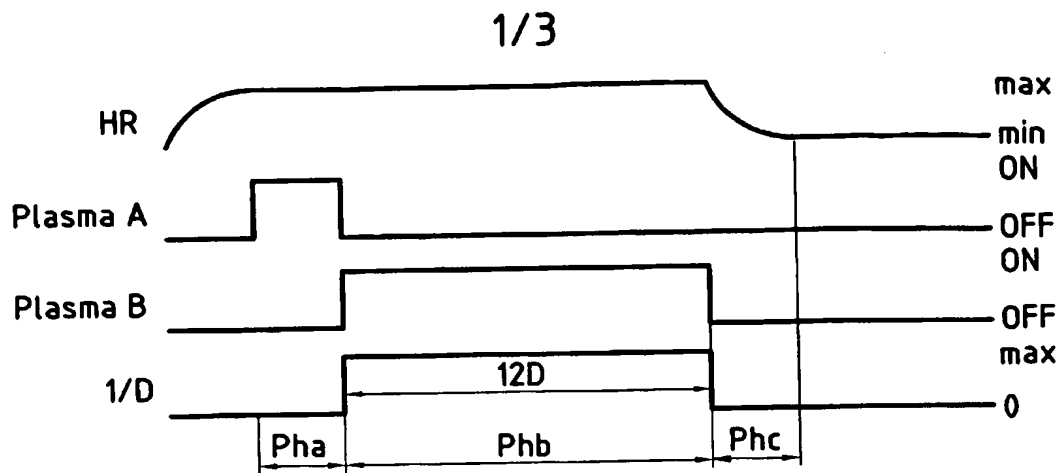


FIG.1A

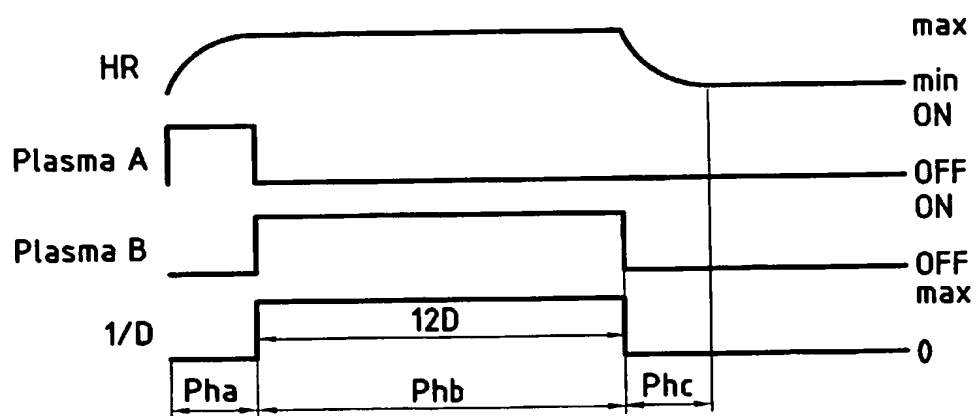


FIG.1B

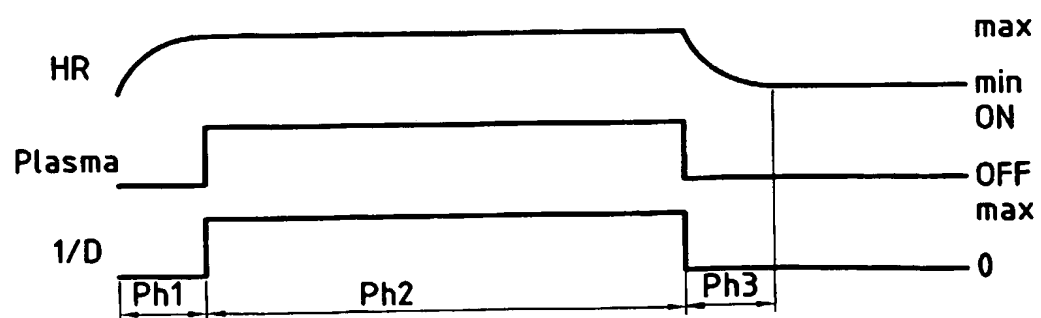
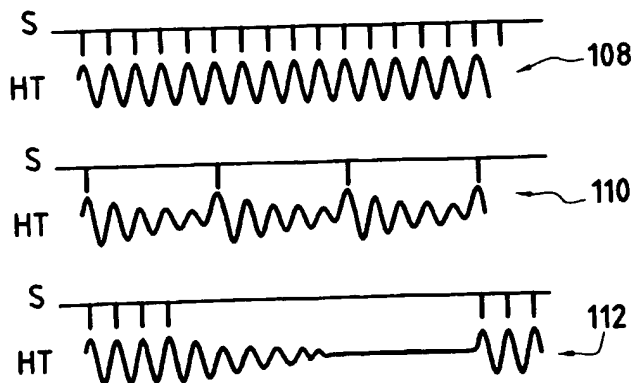
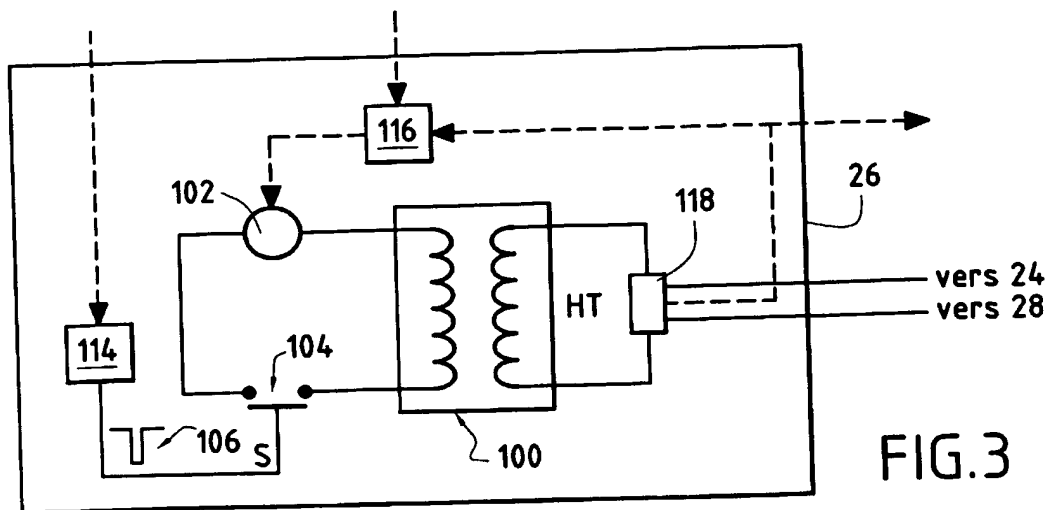
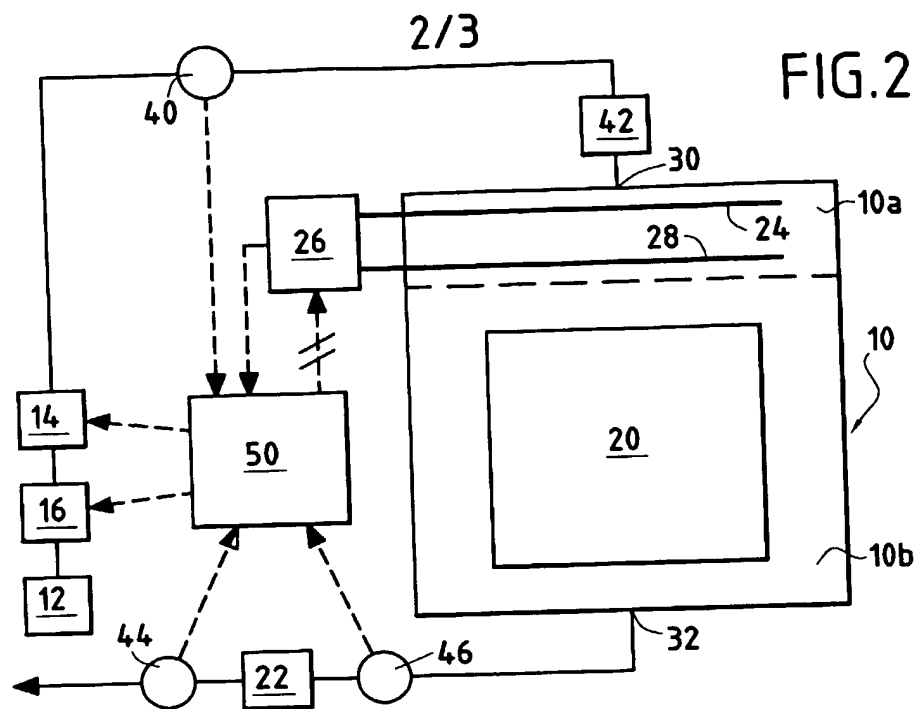


FIG.6

ART ANTERIEUR



3/3

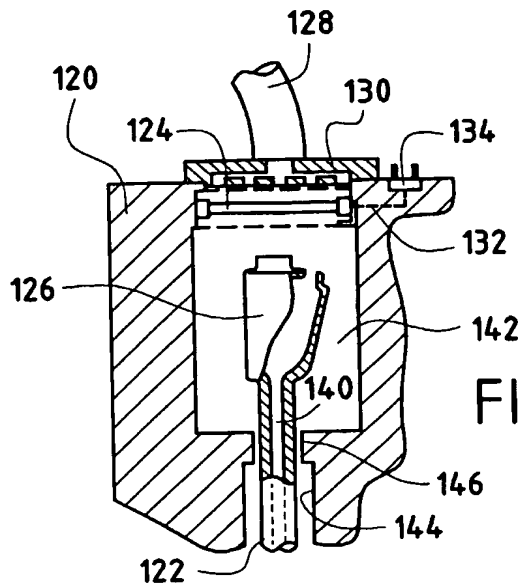


FIG. 5A

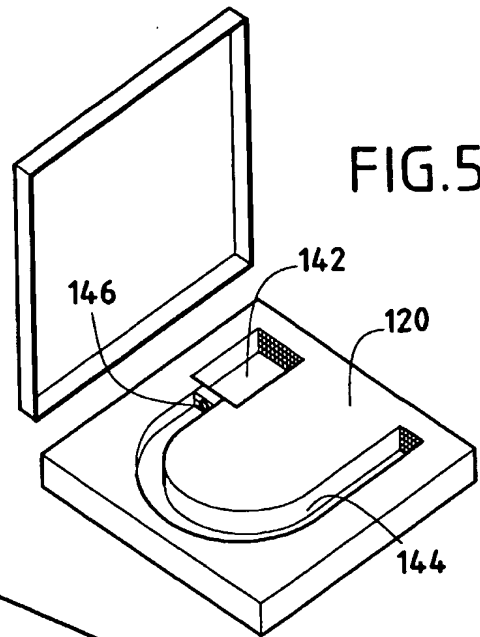


FIG. 5

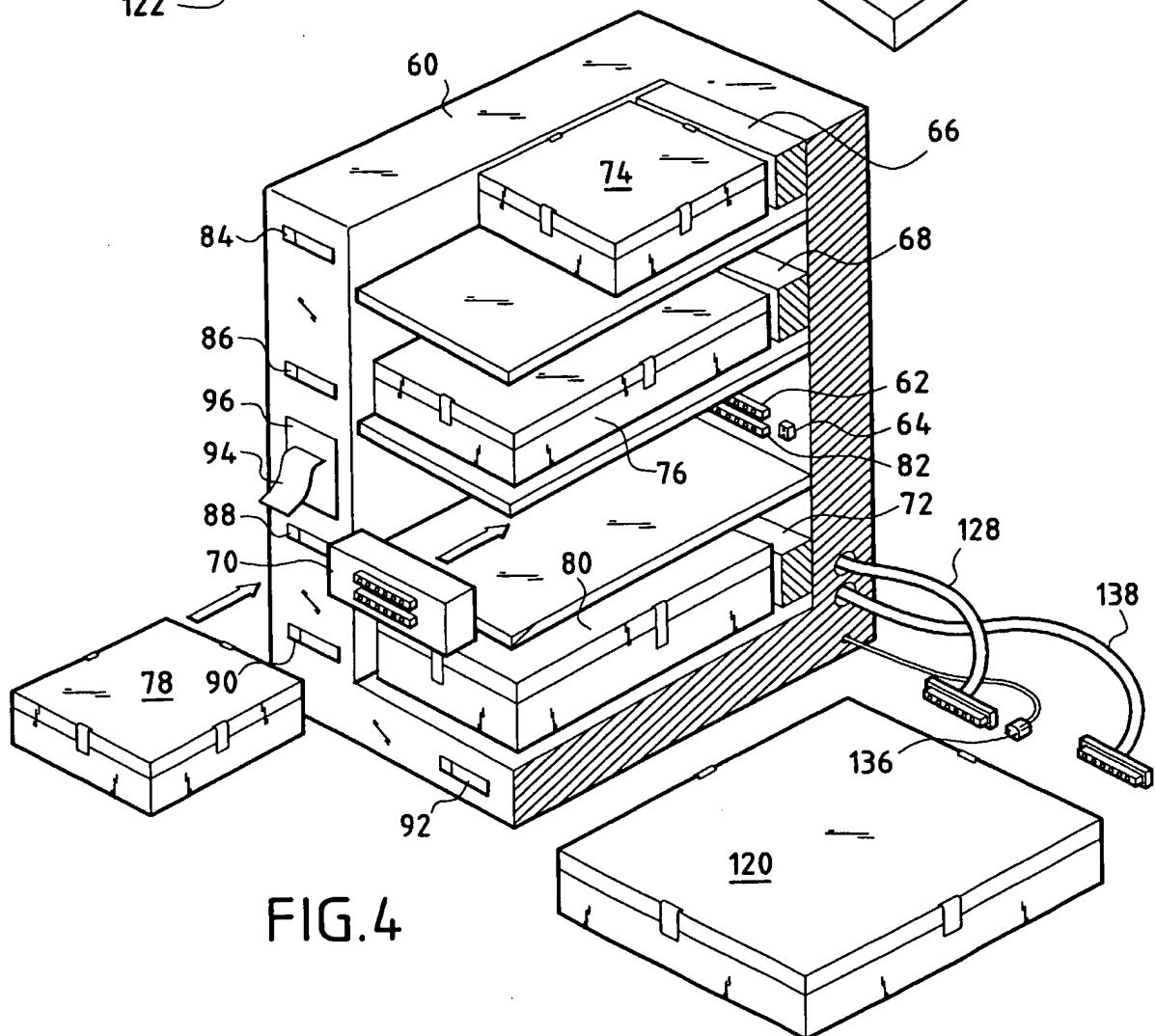


FIG. 4



# RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

2814079

N° d'enregistrement  
national

FA 592811  
FR 0011829

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	EP 0 474 137 A (ABTOX INC) 11 mars 1992 (1992-03-11) * colonne 3, ligne 42 - colonne 4, ligne 16 * * colonne 5, ligne 53 - colonne 6, ligne 34 * * colonne 8, ligne 37 - ligne 55 * ---	1-7, 12, 13, 25-28	A61L12/02
X	FR 2 759 590 A (MICROONDES SYST SA) 21 août 1998 (1998-08-21) * abrégé * * page 2, ligne 19 - ligne 29 * * page 5, ligne 5 - page 6, ligne 25 * * page 10, ligne 23 - page 12, ligne 16 * ---	1-7, 12, 13, 25-28	
A	US 6 074 512 A (SCHNEIDER GERHARD ET AL) 13 juin 2000 (2000-06-13) * abrégé * * colonne 1, ligne 46 - colonne 2, ligne 11 * * colonne 8, ligne 47 - colonne 9, ligne 46 * ---	1-28	
A	US 3 948 601 A (FRASER SHEILA J ET AL) 6 avril 1976 (1976-04-06) * abrégé * * colonne 1, ligne 53 - colonne 2, ligne 21 * -----	1-28	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7)
			A61L H05H H01J
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
18 juin 2001		Menidjel, R	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ----- & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLACK (CPTD,